# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

		•			
				•	
·					
			•		
	*				
			4		
				•	
				•	
					•
				•	
,					
				•	
			·		
				a	
		•			
		·			
	•				
			•		
			,		
		•			
•					
	•				

11 Veröffentlichungsnummer:

0 048 355

**A1** 

### (12)

## **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 81106753.7

(22) Anmeldetag: 29.08.81

(51) Int. Cl.3: C 09 B 62/09

C 09 B 62/513, C 09 B 62/533 D 06 P 3/66, D 06 P 3/10

30 Prioritāt: 06.09.80 DE 3033611

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 31.03.82 Patentblatt 82/13

Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB IT LI

(1) Anmelder: HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT Postfach 80 03 20

D-6230 Frankfurt/Main 80(DE)

(7) Erfinder: Meininger, Fritz, Dr. Loreleistrasse 7 D-6230 Frankfurt am Main 80(DE)

(2) Erfinder: Hoyer, Ernst, Dr. Eptingweg 3 D-6230 Frankfurt am Main 80(DE)

72 Erfinder: Otten, Joachim, Dr.

verstorben(DE)

(72) Erfinder: Fass, Rudolf Memelstrasse 28 D-6233 Kelkheim (Taunus)(DE)

# (54) Wasserlösliche Disazoverbindungen, Verfahren zu deren Herstellung und ihre Verwendung als Farbstoffe.

und deren Salze. In Formel 1 bedeuten: D' ist der Phenylrest oder der Naphthylrest, die beide durch einen Rest Y oder einen Rest Z substituiert sind und zusätzlich durch Sulfo, Chlor, Brom, niederes Alkyl und niederes Alkoxy substituiert sein können, D' ist der Phenylrest oder der Naphthylrest, die beide durch den Rest Y oder den Rest Z substituiert sind und zusätzlich durch Sulfo, Chlor, Brom, niederes Alkyl und miederes Alkoxy substituiert sein können, wobei die beiden Formelglieder D' und D' zueinander gleich oder voneinander verschieden sein können, Z steht für eine faserreaktive Gruppe der Formal

$$- SO_2 - CH_2 - CH_2 - X$$

$$- N - SO_2 - CH_2 - CH_2 - X$$

$$| R$$

$$- CH_2 - SO_2 - CH_2 - CH_2 - X$$

$$- SO_2 - CH = CH_2$$

$$- N - SO_2 - CH = CH_2$$

$$| R$$

oder

$$- CH_2 - SO_2 - CH = CH_2$$

in welchen R eine Alkylgruppe von 1 bis 4 C-Atomen bedeutet und X ein Chloratom, die Acetyloxygruppe, die Thiosulfato-, Phosphato- oder Sulfatogruppe ist, Y stellt einen faserreaktiven Rest der allgemeinen Formel (3)

Ш

THE PERSON NAMED IN COLUMN TWO IS NOT THE PERSON NAMED IN COLUMN TWO IS NAMED IN THE PERSON NAMED IN T

三二 的 獨 多人 等 工 题

dar, worin R1 und R2 gleich oder verschieden voneinander sind und jedes ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von 1 bis 4 C-Atomen bedeutet, V ein Chlor- oder Bromatom ist und A für ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von 1 bis 6 C-Atomen steht, die substituiert sein kann, oder ein Rest der Formel -B-Z ist, in welcher B den Phenylen- oder Naphthylenrest bedeutet, die beide durch Sulfo, Chlor, Methyl, Äthyl, Methoxy und Äthoxy substituiert sein können und Z die obengenannte Bedeutung besitzt, m steht für die Zahl Null oder 1 und n für die Zahl 1 oder 2, wobei (m + n) gleich 2 ist; die Verbindungen der Formel (1) enthalten zwingend mindestens 2 der im Molekül möglichen oben erwähnten faserreaktiven Reste. Die neuen Disazoverbindungen werden hergestellt, indem man in äquimolaren Mengen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure oder -4,6disulfonsäure mit einer Diazoniumverbindung eines Amins der allgemeinen Formel

in welcher D', Z und Y die obengenannte Bedeutung besitzen und p und q jedes für die Zahl Null oder 1 steht, sauer kuppelt und die gebildete Monoazoverbindung nachfolgend mit einer Diazoniumverbindung eines Amins der allgemeinen Formel (7)

in welcher D\*, Z und Y die obengenannten Bedeutungen haben und r und s jedes für die Zahl Null oder 1 steht, umsetzt. Die neuen Disazoverbindungen zeigen sehr gute Farbstoffeigenschaften; sie besitzen insbesondere gute faserreaktive Eigenschaften und liefern demgemäß nach den in der Technik üblichen Applikations- und Fixiermethoden für faserreaktive Farbstoffe auf hydroxy- und carbonamidgruppen-haltigen Materialien, insbesondere Fasermaterialien, wie Wolle und Baumwolle, farbstarke und echte Färbungen und Drucke.

Wasserlösliche Disazoverbindungen, Verfahren zu deren Herstellung und ihre Verwendung als Farbstoffe

Mit der vorliegenden Erfindung wurden neue wasserlösliche Disazoverbindungen gefunden, die, in Form der freien Säure geschrieben, die allgemeine Formel (1)

5
$$D' - N = N \longrightarrow N = N - D''$$

$$HO_3S \longrightarrow SO_3H \longrightarrow Z_m$$

$$Y_n$$
(1)

besitzen. Diese neuen Verbindungen können in Form der freien Säure und in Form ihrer Salze vorliegen. Bevorzugt sind sie in Form der Salze, insbesondere der Alkali- und Erdalkali- metallsalze, insbesondere bevorzugt als Natrium-, Kalium- und auch Calciumsalze. Sie finden bevorzugt in Form der Alkalimetallsalze Verwendung zum Färben von vorzugsweise Fasermaterialien.

- 20 Die Formelreste der obigen Formel (1) haben die folgende Bedeutung:
  - D' ist der Phenylrest oder der Naphthylrest, die durch eine Gruppe des nachstehend definierten Formelrestes Y oder Formelrestes Z substituiert sind und zusätzlich durch einen oder zwei Substituenten aus der Gruppe Sulfo, Chlor, Brom, niederes Alkyl, wie Äthyl und insbesondere Methyl, und niederes Alkoxy, wie Äthoxy und insbesondere Methoxy, substituiert sein können;
- D" ist der Phenylrest oder der Naphthylrest, die durch

  30 eine Gruppe des nachstehend definierten Formelrestes Y
  und
  oder Formelrestes Z substituiert sind zusätzlich durch

25

STREET, STREET

\$ 100 K

einen oder zwei Substituenten aus der Gruppe Sulfo, Chlor, Brom, niederes Alkyl, wie Äthyl und insbesondere Methyl, und niederes Alkoxy, wie Äthoxy und insbesondere Methoxy, substituiert sein können;

5 D' und D" können zueinander gleiche oder voneinander verschiedene Bedeutungen besitzen;

> die eine Sulfogruppe im Disulfo-1-amino-8-hydroxynaphthylen-Rest steht in 3- oder 4-Stellung dieses Naphthalinrestes;

10 Z ist eine Gruppe der Formel (2a), (2b), (2c), (2d), (2e) oder (2f)

$$- so_2 - cH_2 - cH_2 - x$$
 (2a)

$$- \underset{R}{N} - so_{2} - cH_{2} - cH_{2} - X$$
 (2b)

$$- CH_2 - SO_2 - CH_2 - CH_2 - X$$
 (2c)

$$- so_2 - CH = CH_2$$
 (2d)

$$- N - SO_2 - CH = CH_2$$
 (2e)

$$- cH_2 - so_2 - cH = CH_2$$
 (2f)

in welchen R eine Alkylgruppe von 1 bis 4 C-Atomen, vorzugsweise die Methylgruppe, darstellt und

X ein Chloratom oder die Acetyloxygruppe oder die Thiosulfatogruppe der Formel -S-SO<sub>3</sub>H (in Form der freien
Säure geschrieben) oder die Phosphatogruppe der Formel -O-PO<sub>3</sub>H<sub>2</sub> (in Form der freien Säure geschrieben)
oder vorzugsweise die Sulfatogruppe der Formel
-OSO<sub>3</sub>H (in Form der freien Säure geschrieben)

35 bedeutet;

#### Y ist ein Rest der Formel (3)

$$\begin{array}{c|c}
 & V \\
 & N \\$$

in welcher bedeuten:

5

10

20

25

STATES OF THE PROPERTY OF THE

R<sup>1</sup> ist ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von 1 bis 4 C-Atomen;

R<sup>2</sup> ist ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von
1 bis 4 C-Atomen, wobei

R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup> zueinander gleiche oder voneinander verschiedene Bedeutungen besitzen können;

15 V ist das Chlor- oder Bromatom;

A ist ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von

1 bis 6 C-Atomen, die substituiert sein kann, beispielsweise durch einen oder zwei Substituenten aus
der Gruppe Methoxy, Äthoxy, Hydroxy, Acetyloxy,
Phosphato, Sulfato, Sulfo, Carboxy, Phenyl und Sulfophenyl, oder ist der Phenylrest, der durch Substituenten aus der Gruppe Methyl, Äthyl, Methoxy,
Äthoxy, Chlor, Brom, Carboxy, Sulfo, Carbamoyl und
Sulfamoyl substituiert sein kann, oder ist ein Rest
der Formel (4)

- B - Z (4)

in welcher bedeuten:

B ist der Phenylen- oder Naphthylenrest, die durch

ein oder zwei Substituenten substituiert sein könaus
nen, die der Menge aus einer Sulfogruppe, einem
Chloratom, einem oder zwei Methyl- oder Äthylgruppen
und einer oder zwei Methoxy- oder Äthoxygruppen ausgewählt sind, und

35 Z besitzt die vorstehend genannte Bedeutung;

m ist die Zahl Null oder 1 und n ist die Zahl 1 oder 2, wobei die Summe von (m + n) gleich 2 ist und die Verbindung der Formel (1) mindestens zwei der im Molekül 5 möglichen Reste entsprechend den oben definierten Formeln (2a) bis (2f) und der nachstehenden Formel (5)

10

mit V der obengenannten Bedeutung zwingend enthält.

Die Angabe "niedere" bedeutet hierwie im folgenden, daß in dem so bezeichneten Rest (bzw. Verbindung) der aliphatische 15 Rest bevorzugt ein solcher von 1 bis 4 C-Atomen ist.

Die vorliegende Erfindung betrifft weiterhin ein Verfahren zur Herstellung der neuen Disazoverbindungen der allgemeinen Formel (1), das dadurch gekennzeichnet ist, daß man in äqui20 molaren Mengen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure oder 1-Amino-8-naphthol-4,6-disulfonsäure im mittelstark bis stark sauren Bereich, vorzugsweise bei einem pH-Wert zwischen 0,5 und 4,5 und bei einer Temperatur zwischen 0 und 25°C, mit einer Diazoniumverbindung eines Amins der allgemeinen For-

25 mel (6)

$$Z_{p} \xrightarrow{D' - NH_{2}}$$

$$Y_{q} \xrightarrow{D' - NH_{2}}$$

$$(6)$$

30

35

in welcher D', Z und Y die obengenannten Bedeutungen haben und p und q jedes für die Zahl Null oder 1 steht, und nachfolgend im schwach sauren bis schwach alkalischen Bereich, vorzugsweise bei einem pH zwischen 4,5 und 8,0 und bei einer Temperatur zwischen 0 und 30°C, mit einer Diazoniumverbindung eines Amins der allgemeinen Formel (7)

5

in welcher D", Z und Y die obengenannte Bedeutung besitzen und r und s jedes für die Zahl Null oder 1 steht, umsetzt und hierbei die erste Diazoniumverbindung in o-Stellung zur Aminogruppe des Aminonaphthols zur Monoazoverbindung kup-10 pelt und die zweite Diazoniumverbindung in o-Stellung zur Hydroxygruppe der gebildeten Monoazoverbindung einführt. wobei man die Amine der allgemeinen Formeln (6) und (7) so auswählt, daß die Summe von (p + q) gleich 1, die Summe von (r + s) gleich 1, die Summe von (p + r) gleich Null oder 1 und die Summe von (q + s) gleich 1 oder 2 ist. - In den Diazokomponenten der allgemeinen Formeln (6) und (7) können die Formelreste D', D", Z und Y zueinander gleiche oder voneinander verschiedene Bedeutungen besitzen und in ein und derselben Aminoverbindung die Formelreste R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup> jeweils 20 gleiche oder verschiedene Bedeutungen zueinander haben. Weiterhin kann der eventuell in Y vorhandene Rest Z von dem eventuell vorhandenen, an D' oder D" direkt gebundenen Rest Z verschieden sein. Die zur Herstellung der erfindungsgemäßen Disazoverbindungen in die Reaktion eingesetzten beiden 25 Amine können somit entweder die gleiche oder eine voneinander verschiedene Konstitution haben.

Aromatische Amine der allgemeinen Formel (6) und der allgemeinen Formel (7), in welchen q gleich Null bzw. s gleich

Null ist, sind beispielsweise in den deutschen Patentschriften 1 278 041, 1 276 842, 1 150 163, 1 126 542,
1 153 029 und in den deutschen Offenlegungsschriften
21 54 943, 21 00 080, 20 34 591, 19 43 904 und in der deutschen Auslegeschrift 1 204 666 beschrieben.

35 Aromatische Amine der allgemeinen Formel (6) und der allgemeinen Formel (7), in welchen p gleich Null bzw. r
gleich Null ist, lassen sich beispielsweise analog der
in der deutschen Patentschrift 485 185 beschriebenen Verfahrensweise durch Umsetzung einer entsprechenden Aminover-

bindung mit Cyanurchlorid oder Cyanurbromid und anschließender zweiter Kondensationsreaktion mit einer Diaminobenzoloder Diaminonaphthalin-Verbindung der Formel  ${\tt R}^1 - {\tt NH} - {\tt D'} - {\tt NH}_2 \quad {\tt oder} \quad {\tt R}^1 - {\tt NH} - {\tt D''} - {\tt NH}_2 \quad {\tt herstellen}.$ 

5

10

Die Diazotierung der Amine der allgemeinen Formeln (6) und (7) erfolgt in bekannter und üblicher, dem Fachmann geläufiger Weise, beispielsweise mittels salpetriger Säure (Alkalinitrit und eine starke Säure), Nitrosylschwefelsäure oder einem niederen Alkylnitrit.

Die Kupplungsreaktion des diazotierten Amins der allgemeinen Formel (6) mit der 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure wird zuerst in saurem Medium,

wie bei einem pH-Wert zwischen 0 und 3, analog bekannten Verfahrensweisen durchgeführt, so daß diese Diazonium-verbindung in die 2-Stellung des Naphthalinrestes kuppelt; anschließend wird die Kupplung mit der zweiten Diazokomponente in schwach saurem bis schwach alkalischem Medium,

wie bei einem pH-Wert zwischen 3,5 und 8, durchgeführt, wobei die Kupplung in 7-Stellung des Naphthalinrestes der gebildeten Monoazoverbindung erfolgt. Solche Verfahrensweisen sind beispielsweise aus den deutschen Patentschriften 960 534 und 1 644 198 bekannt.

25

Aromatische Amine der allgemeinen Formel (6), in welcher q gleich Null ist, bzw. der allgemeinen Formel (7), in welcher s gleich Null ist, sind beispielsweise: Anilin-3-B-sulfatoäthylsulfon, Anilin-4-B-sulfatoäthylsulfon, 2-Amino-toluol-4-B-sulfatoäthylsulfon, 2-Amino-anisol-4-B-

2-Amino-toluol-4-B-sulfatoathylsulfon, 2-Amino-anisol-4 B-sulfatoathylsulfon, 2-Amino-anisol-5-B-sulfatoathylsulfon,

2,5-Dimethoxy-anilin-4-B-sulfatoäthylsulfon, 2,4-Dimethoxy-anilin-5-B-sulfatoäthylsulfon, 2-Methoxy-5-methyl-anilin-4-B-sulfatoäthylsulfon, 4-Amino-anisol-3-B-sulfatoäthyl-sulfon, 4-Amino-toluol-3-B-sulfatoäthylsulfon, 4-B-Sulfatoäthylsulfonyl-anilin-2-sulfonsäure, 5-B-Sulfatoäthylsulfonyl-anilin-2-sulfonsäure, 2-Amino-toluol-5-B-sulfatoäthylsulfon, 2-Chlor-anilin-4-B-sulfatoäthylsulfon, 2-Chlor-

anilin-5-8-sulfatoäthylsulfon, 2-Brom-anilin-4-8-sulfatoäthylsulfon, 2,6-Dichlor-anilin-4-8-sulfatoäthylsulfon,

2,6-Dimethyl-anilin-3-8-sulfatoäthylsulfon, 2,6-Dimethyl-anilin-4-8-sulfatoäthylsulfon, 2-Naphthylamin-5-8-sulfatoäthylsulfon, 2-Naphthylamin-6-8-sulfatoäthylsulfon, 2-Naphthylamin-8-8-sulfatoäthylsulfon, 8-8-Sulfatoäthylsulfon, sulfonyl-2-amino-naphthalin-6-sulfonsäure, 6-8-Sulfato-

15 äthylsulfonyl-2-amino-naphthalin-1-sulfonsäure, N-Methyl-N-B-sulfatoäthylsulfonyl-p-phenylendiamin, N-Methyl-N-B-sulfatoäthylsulfonyl-m-phenylendiamin, (4-Aminobenzyl)-(B-sulfatoäthyl)-sulfon, (3-Aminobenzyl)-(B-sulfatoäthyl)-sulfon

20 sowie deren entsprechende β-Chloräthyl-, β-Acetoxy-äthyl-, β-Phosphatoäthyl-, β-Thiosulfatoäthylund Vinylsulfonyl-Derivate.

25

A CONTRACTOR DESCRIPTION OF THE PROPERTY OF TH

COMMENCE AND CO.

Aromatische Amine der allgemeinen Formel (6), in welcher p gleich Null ist, bzw. der allgemeinen Formel (7), in welcher r gleich Null ist, sind beispielsweise Verbindungen entsprechend den allgemeinen Formeln (8a), (8b) und (8c)

30

BNSDCCID- ZEP 004835541 L >

$$D^{1} - NH \longrightarrow NH - A$$
(8a)

$$D^{2} - NH \longrightarrow N \longrightarrow NH - A$$
 (8b)

5

10

worin D bspw. den 3-Amino-4-sulfo-phenyl-, den 4-Amino-3sulfo-phenyl-, den 4-Amino-2,5-disulfo-phenyl-, den 3-Amino-4,6-disulfo-phenyl-, den 4-Amino-phenyl-, den 3-Amino-2-methyl-5-sulfo-phenyl-, den 3-Amino-4-chlor-15 phenyl-, den 4-Amino-3,5-disulfo-phenyl-, den 3-Amino-4methyl-phenyl-, den 3-Amino-4-methoxy-phenyl-, den 6-Amino-4,8-disulfo-naphth-2-yl-, den 5-Amino-3,7-disulfo-naphth-1yl- oder den 3-Amino-phenyl-Rest bedeutet, D<sup>2</sup> bspw. der 3-Amino-4-sulfo-phenyl- oder den 4-Amino-3-sulfo-phenyl-Rest und D' bspw. 3-Amino-4-sulfo-phenyl-, der 4-Amino-3-sulfophenyl- oder der 4-Amino-phenyl-Rest ist und das eine R ein Wasserstoffatom und das andere R eine Methylgruppe darstellt sowie A jeweils beispielsweise ein Wasserstoffatom, eine Methyl-, Äthyl-, n-Propyl-, i-Propyl-, eine B-Hydroxyäthyl-, B-Sulfatoäthyl-, B-Methoxyäthyl-, B-Sulfoäthyl-, Carboxymethyl-, B-Carboxyäthyl-, Benzyl-, B-Phenäthyl-, Phenyl-, 4-Sulfophenyl-, 3-Sulfophenyl-, 3-Carboxyphenyl-, 4-Carboxyphenyl-, 2,5-Disulfophenyl- oder einen 3-Hydroxy-4-carboxy-30 phenyl-Rest bedeutet oder der Formelrest A jeweils einen Rest der allgemeinen Formel (4a)

$$-B-Z^{1} \qquad (4a)$$

35 darstellt, in welcher B beispielsweise den 1,4-Phenylen-, 1,3-Phenylen-, 4-Methyl-1,3-phenylen-, 4-Methoxy-1,3-phenylen-, 3-Methoxy-1,4-phenylen-, 2,5-Dimethoxy-1,4-

phenylen-, 4,6-Dimethoxy-1,3-phenylen-, 2-Methyl-5-methoxy-1,4-phenylen-, 3-Chlor-1,4-phenylen-, 6-Methoxy-1,3-phenylen-, 6-Methyl-1,3-phenylen-, 4-Sulfo-1,3-phenylen-, 4-Methyl-1,3-phenylen-, 4-Chlor-1,3-phenylen-, 3-Brom-1,4-phenylen- oder den 2,4-Dimethyl-1,3-phenylen-Rest mit jeweils der nachstehend definierten Gruppe Z<sup>1</sup> in 1-Stellung der Phenylenreste gebunden darstellt

und z<sup>1</sup> für

10 die B-Chloräthylsulfonyl-, B-Acetoxy-äthylsulfonyl-,
B-Thiosulfatoäthylsulfonyl-, B-Phosphatoäthylsulfonyl- oder
die Vinylsulfonyl-Gruppe oder bevorzugt für die B-Sulfatoäthylsulfonyl-Gruppe steht, oder in welchen der Formelrest
A jeweils einen der nachstehend formelmäßig angegebenen

15 Reste

20

$$z^1$$
 $SO_3H$ 
 $z^1$ 
 $CH_3$ 

25

CONTRACTOR CANADAM CONTRACTOR

$$\begin{array}{c|c}
 & \text{CH}_2^{-z^1}, \\
 & \text{CH}_3^{-z^1}, \\
\end{array}$$

30

bedeutet, in welchen Z<sup>1</sup> eine der obengenannten Bedeutungen besitzt.

Die Abscheidung bzw. Isolierung der erfindungsgemäß herge-35 stellten Verbindungen der allgemeinen Formel (1) erfolgt

nach allgemein bekannten Methoden entweder durch Ausfällen aus dem Reaktionsmedium mittels Elektrolyten, wie beispiels-weise Natriumchlorid oder Kaliumchlorid, oder aber durch Eindampfen der Reaktionslösung, beispielsweise durch Sprühtrocknung. In manchen Fällen kann es auch wünschenswert sein, die Farbstofflösung, gegebenenfalls nach Zusatz von Puffersubstanzen und gegebenenfalls nach eventuellem Konzentrieren, direkt als Flüssigpräparation der färberischen Verwendung zuzuführen.

10

Von den erfindungsgemäßen Verbindungen sind solche bevorzugt, die den allgemeinen Formeln (9), (10), (11), (12), (13) und (14) entsprechen:

THE PROPERTY OF THE PROPERTY OF THE PERSON O

SENERGE SECTION 1

In diesen Formeln bedeuten:

- Z hat die obengenannte Bedeutung, ist jedoch bevorzugt die B-Sulfatoäthylsulfonyl- oder Vinylsulfonylgruppe;
- B ist der Phenylenrest, der durch eine Sulfogruppe oder durch eine Methylgruppe oder Methoxygruppe oder ein Chloratom oder zwei Methoxygruppen oder eine Methoxyund eine Methylgruppe substituiert sein kann, wobei die beiden Formelreste B gleich oder verschieden voneinander sein können;
- 10 D ist der Phenylenrest, der durch eine oder zwei Sulfogruppen oder eine Methoxygruppe, eine Methylgruppe oder
  ein Chloratom oder durch zwei Methoxygruppen oder durch
  eine Methoxy- und eine Methylgruppe substituiert sein
  kann, wobei die beiden Formelreste D gleich oder verschieden voneinander sein können;
  - A ist eine Methyl- oder Äthylgruppe, eine ß-Hydroxyäthyl-, ß-Sulfoäthyl-, Carboxyäthyl-, ß-Sulfatoäthyl- oder Sulfophenylgruppe;
  - R ist ein Wasserstoffatom, eine Methyl- oder Äthylgruppe;
- 20 K steht für den bivalenten Rest der als Kupplungskomponente dienenden, doppel-ankuppelbaren 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure;

die beiden freistehenden Aminobrücken in Formel (11) stehen in meta- oder para-Stellung zu den Azogruppen gebunden.

25

STATE OF STREET STATE OF STATE

Die erfindungsgemäßen Disazoverbindungen der allgemeinen Formel (1) besitzen wertvolle Farbstoffeigenschaften, die gleichzeitig in Folge ihrer Chlor- oder Bromtriazinylen-Komponente und des Restes Z faserreaktive Eigenschaften aufweisen. Die neuen Verbindungen werden bevorzugt zum Färben (im allgemeinen Sinne) von hydroxy-, amino- oder carbon-amidgruppenhaltigen Materialien, beispielsweise in Form von Flächengebilden, wie Papier und Leder, oder in der Masse, wie Polyamid und Polyurethan, insbesondere von solchen

Materialien in Faserform, verwendet.

Die vorliegende Erfindung betrifft somit auch die Verwendung der Verbindungen der allgemeinen Formel (1) zum Färben (einschließlich Massefärbung und Druckfärbung) dieser Materialien bzw. Verfahren zum Färben solcher Materialien in an und für sich üblicher Verfahrensweise, bei welchen eine Verbindung der allgemeinen Formel (1) als Farbmittel eingesetzt wird. Bevorzugt kommen die Materialien in Form von Fasermaterialien zur Anwendung, insbesondere in Form von Textilfasern.

10

Hydroxygruppenhaltige Materialien sind natürliche oder synthetische hydroxygruppenhaltige Materialien, wie beispielsweise Cellulosefasermaterialien oder deren Regeneratprodukte oder Polyvinylalkohole. Cellulosefasermaterialien sind vorzugsweise Baumwolle, aber auch andere Pflanzenfasern, wie Leinen, Hanf, Jute und Ramiefasern, regenerierte Cellulosefasern sind beispielsweise Zellwolle und Viskosekunstseide.

Carbonamidgruppenhaltige Materialien sind beispielsweise 20 synthetische und natürliche Polyamide und Polyurethane, insbesondere in Form der Fasern, beispielsweise Wolle und andere Tierhaare, Seide, Leder, Polyamid-6,6, Polyamid-6, Polyamid-11 und Polyamid-4.

Die erfindungsgemäßen Farbstoffe lassen sich auf den genannten Substraten nach den für Reaktivfarbstoffe bekannten Anwendungstechniken applizieren. So erhält man mit ihnen auf Cellulosefasern nach dem Ausziehverfahren aus langer Flotte unter Verwendung der verschiedensten Alkalizusätze sehr gute Farbausbeuten. Hzum Beispiel

Nach den Klotzverfahren werden auf Cellulosefasern ebenfalls ausgezeichnete Farbausbeuten erhalten, wobei durch Verweilen bei Raumtemperatur, durch Dämpfen oder mit

35 Trockenhitze fixiert werden kann.

Nach den üblichen Druckverfahren für Cellulosefasern, einphasig in Anwesenheit von Natriumbicarbonat oder anderer säurebindender Mittel in der Druckpaste und anschließendem Dämpfen bei 101 - 103°C oder zweiphasig mit neutraler oder schwach saurer Druckpaste gedruckt und dann entweder durch ein heißes elektrolythaltiges alkalisches Bad geführt oder aber mit einer alkalischen elektrolythaltigen Klotzflotte überklotzt und dann durch Verweilen, Dämpfen oder Trockenhitze entwickelt, erhält man ebenfalls farbstarke Drucke 10 mit gutem Stand der Konturen und einem klaren Weißfond. Der Ausfall der Drucke ist von wechselnden Fixierbedingungen nur wenig abhängig. Sowohl in der Färberei als auch in der Druckerei sind die mit den erfindungsgemäßen Farbstoffen erhaltenen Fixiergrade außergewöhnlich hoch.

15

CHARGE CONTRACTOR

37

Die Echtheiten der auf Cellulosefasern mit Hilfe der erfindungsgemäßen Farbstoffe erhaltenen Färbungen und Drucke sind beachtlich. Dies gilt sowohl für die wichtigsten Fabrikations- als auch für die wichtigsten Gebrauchsecht-20 heiten. Besonders zu erwähnen sind die Lichtechtheit, die Naßechtheiten, wie Waschechtheiten, Walkechtheiten, Wasserechtheit, Seewasserechtheit, Überfärbeechtheit, Schweißechtheit, sowie Plissierechtheit, Bügelechtheit und Reibechtheit.

25

Die Färbungen auf Polyamidfasern werden üblicherweise aus saurem Milieu ausgeführt. So kann man beispielsweise dem Färbebad Essigsäure oder Essigsäure und Ammoniumacetat zufügen, um den gewünschten pH-Wert zu erhalten. Zwecks 30 Erreichung einer brauchbaren Egalität der Färbungen empfiehlt sich ein Zusatz an üblichen Egalisiermitteln, beispielsweise auf Basis eines Umsetzungsproduktes von Cyanurchlorid mit der dreifach molaren Menge einer Aminobenzolund/oder einer Aminonaphthalinsulfonsäure und/oder auf Basis eines Umsetzungsproduktes von beispielsweise Stearyl-

amin mit Äthylenoxyd. Die Färbungen können sowohl bei Siedetemperatur als auch bei 110 - 120°C ausgeführt werden.

Die nachstehenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung. Die darin genannten Teile sind Gewichtsteile, die Prozentangaben stellen Gewichtsprozente dar, sofern nicht anders vermerkt. Gewichtsteile beziehen sich zu Volumenteilen wie Kilogramm zu Liter.

## Beispiel 1

Eine neutrale Lösung von 28,1 Teilen Anilin-4-ß-sulfatoäthylsulfon in 150 Teilen Wasser wird unter Rühren in eine Suspension gegossen, die durch Einrühren einer Lösung von 19,5 Teilen Cyanurchlorid in 100 Volumenteilen Aceton in ein Gemisch aus 200 Teilen Wasser und 200 Teilen Eis erhalten wird. Das Reaktionsgemisch wird bei 0 bis 5°C und bei einem pH-Wert von 3 bis 4 eine Stunde lang gerührt, wobei zur Einhaltung des pH-Wertes portionsweise 8,4 Teile 10 Natriumbicarbonat zugegeben werden. Anschließend wird zu der erhaltenen Suspension des primären Kondensationsproduktes eine neutrale Lösung von 26,8 Teilen 1,4-Diaminobenzol-2,5-disulfonsäure in 200 Teilen Wasser gegeben; dieses Reaktionsgemisch wird bei 25 bis 28°C und bei einem 15 pH-Wert von 6,5 bis 7,2 etwa 18 Stunden lang gerührt, wobei der pH-Wert durch portionsweise Zugabe von Natriumbicarbonat in dem angegebenen Bereich gehalten wird. Das gebildete sekundäre Reaktionsprodukt bildet eine klare Lösung. -In diese Lösung werden 250 Teile Eis und anschließend 60 Volumenteile einer 31 %igen wäßrigen Salzsäure gegeben; die anschließende Diazotierung erfolgt durch Zutropfen von 20 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung bei einer Temperatur von 0 bis 5°C. Die erhaltene Diazoniumsalzlösung wird sodann bei einem pH-Wert von 2,5 bis 3,0 und 25 einer Temperatur von 0 bis 10°C in eine Lösung von 31,9 Teilen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure in 1500 Teilen Wasser eingetropft, wobei der pH durch portionsweise Zugabe von 63 Teilen kristallisiertem Natriumacetat bei diesem Wert von 2,5 bis 3,0 gehalten wird. Nach beendeter 30 Kupplung wird die gebildete Monoazoverbindung mittels

Der feuchte Filterkuchen dieser Monoazoverbindung wird in 500 Teilen Wasser gelöst. Ein weiterer Ansatz des wie oben beschriebenen diazotierten sekundären Kondensationsproduktes aus Cyanurchlorid und Anilin-4-B-sulfatoäthylsulfon sowie 1,4-Diaminobenzol-2,5-disulfonsäure werden in diese wäßrige Lösung der Monoazoverbindung eingetropft, wobei die Tempe-

Kaliumchlorid ausgefällt und abgesaugt.

CHESTON AND STATE

TO SHADOW MANAGEMENT OF THE SHADOW.

ratur bei 10 bis 18°C und der pH-Wert bei 6,0 bis 6,5 gehalten werden. \*) 4 Stunden unter Rühren weitergeführt.

Die Lösung wird anschließend geklärt und die gebildete
Disazoverbindung durch Zugabe von Natriumchlorid ausgesalzen, die sodann abgesaugt, bei 40 bis 50°C getrocknet und gemahlen wird. \*)

Die Kupplungsreaktion wird noch

Es wird ein schwarzes, elektrolythaltiges (vorwiegend Natriumchlorid) Pulver erhalten, das das Alkalimetallsalz, vorwiegend Natriumsalz, der Verbindung der Formel

enthält. Diese zeigt sehr gute Farbstoffeigenschaften und färbt nach den für Reaktivfarbstoffe üblichen Färbe- und Druckmethoden und Fixierverfahren Cellulosefasermaterialien, wie Baumwolle, in grünstichig schwarzen Farbtönen; diese Färbungen und Drucke zeigen sehr gute Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten, wie insbesondere eine sehr gute Wasch-, Schweiß-, Reib-, Wasser-, Säure- und Alkaliechtheit. Bei Druckverfahren auf Cellulosefasern ist die Dampfbeständigkeit und das gute Verhalten beim Auswaschen neben dem hohen Fixier- grad und gleichem Ausfall der nach verschiedenen Verfahren \*)

## Beispiele 2 bis 42

10

Verfährt man in einer der erfindungsgemäßen Verfahrensweisen zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen entsprechend der allgemeinen Formel (1), so beispielsweise analog der im Beispiel 1 angegebenen Verfahrensweise, und setzt hierzu als Ausgangsverbindungen in entsprechender \*)fixierten Drucke besonders zu erwähnen. Weise 1,3- oder 1,4-Diaminobenzol-2-sulfonsäure, Cyanurchlorid und ein Anilin- oder Naphthylaminderivat mit einer B-Sulfatoäthylsulfonylgruppe, welche aus den nachfolgenden Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel (A) ersichtlich sind, als Kondensationskomponenten sowie 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure als Kupplungskomponenten ein, so erhält man die in diesen Tabellenbeispielen angegebenen erfindungsgemäßen Disazoverbindungen, die sehr gute Farbstoffeigenschaften besitzen und ebenfalls auf natürlichen und synthetischen Polyamidfasermaterialien, insbesondere jedoch auf natürlichen und regenerierten Cellulosefasermaterialien, wie insbesondere Baumwolle, insbesondere nach den für faserreaktive Farbstoffe üblichen Färbe- und Druckmethoden und Fixierweisen, farbstarke Färbungen und Drucke mit sehr guten Echtheitseigenschaften und den in den Tabellenbeispielen angegebenen Farbtönen liefern.

25	Bsp.	В <sub>1</sub>		Stell. der SO <sub>3</sub> H-Gruppe	Nuance auf Baumwolle
	2	HO3SOCH2CH2-O2S	4'	3	grūnst. Schwarz
30	3	dito.	3'	3	Blauschwarz
•	4	dito	4*	4	Schwarz
35	5	dito	3¹	4	Marineblau
<i>J</i>	6	HO3SOCH2CH2CH2-O2S-	4'	4	Marineblau
	7	dito	3'	4	rotst. Marine

5

10

15

人名 人名 医牙冠毒虫

STATE OF THE PROPERTY OF THE

		- 18 -	l v		0048355
•	Bsp.	<sup>B</sup> 1	Stell. der NH-Gruppe	Stell. der SO <sub>3</sub> H-Gruppe	Nuance auf Baumwolle
		OCH <sub>3</sub>			
_	8	HO3SOCH2CH2-O2S-	41	3	Dunkelgrau
5	9	н <sub>3</sub> ć dito	3 <b>'</b>	3	Blauschwarz
	10	dito	4	4	Dunkelblau ·
O	11	dito	3'	4	rotst. Marine
	. 12	EO3SOCH5CH5-O5S-CH3	4'	3	Dunkelblau
5	13	н <sub>3</sub> co dito	3'	3	Dunkelblau
,	14	dito	4'	4	Marineblau
	15	dito	3 <sup>1</sup>	4	rotst. Marine
;0	16	HO3SOCE2CE2-02S-N-CH3	4*	3	Dunkelgrau
	17	dito	34	3	Marineblau
,	18	HO3SOCH2CH2SO2-H2C	3'	3	Schwarz
?5	19	dito	<b>4</b> ¹	3	Schwarz
	20	dito	3'	4	Schwarz
30	<sup>2</sup> 21	HO3SOCE2CH2-O2S-	4"	3	grūnst. Marine
	22	dito	3'	3	rotst. Marine
35	23	HO3SOCH2CH2-O2S	4	3	grūnst. Schwarz
,,	24	dito CH3	3'	3	Blauschwarz
	25	dito	4*	4	grünst. Marine
	26	dito	31	`4	schwarz
			•		

Consistency of

1. The State of the Section of the S

Waller and the factorial of the second second second

		-	19 -		0048355
•	Esp.	. <sup>B</sup> 1	Stell. der NH-Gruppe	Stell. der SO <sub>3</sub> H-Gruppe	Nuance auf Baumwolle
					1
5	27	HO3SOCH2CH2-O2S	3 <sup>1</sup>	3	grünst. Schwarz
	28	H <sub>3</sub> CO OCH <sub>3</sub>	4	3	Blauschwarz
10	29	dito	3'	4	Marineblau
	30	dito	4 4	4	Marineblau
	31	HO350CH2CH2-O2S	3 <sup>1</sup>	3	Dunkelblau
15	32	dito	4 1	3	Dunkelblau
٠	33	dito	3 4	4	Marineblau
00	34	dito	4	4	Schwarz
20		HO3S			
	35	BO3SOCH5CH5-O5S	3'	3	Marineblau
25	36	dito	4'	3	Schwarz
	37	dito	3 <b>'</b>	4	Dunkelblau
	. 38	dito	4	4	Schwarz
30	39	EO3SOCH2CH2-O2S	3'	3	Dunkelblau
	40	HO3S dito	<b>4</b> ¹	3	grūnst. Schwarz
35	41	dito	3 <sup>1</sup>	4	Marineblau
	42	<b>dito</b>	4'	4	rotst. Marine

BAISTYCHIN- - ED MARRESA I I

THE NAME AND THE

TO THE STATE OF TH

#### Beispiele 43 bis 229

Verfährt man in einer der erfindungsgemäßen Verfahrensweisen zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen entsprechend der allgemeinen Formel (1), so beispielsweise 5 analog der im Beispiel 1 angegebenen Verfahrensweise, und setzt hierzu als Ausgangsverbindungen in entsprechender Weise 1,3- oder 1,4-Diaminobenzol-Derivate oder 1,5- oder 2.6-Diamino-naphthalin-Derivate, Cyanurchlorid und ein Anilin- oder Naphthylaminderivat mit einer ß-Sulfatoäthylsulfonylgruppe, welche aus den nachfolgenden Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel (B) ersichtlich sind, als Kondensationskomponenten sowie 1-Amino-8naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure als Kupplungskomponenten ein, so erhält man die in diesen Tabellenbeispielen angegebenen erfindungsgemäßen Disazoverbindungen, die sehr 15 gute Farcstoffeigenschaften besitzen und ebenfalls auf natürlichen und synthetischen Polyamidfasermaterialien, insbesondere jedoch auf natürlichen und regenerierten Cellulosefasermaterialien, wie insbesondere Baumwolle, ins-20 besondere nach den für faserreaktive Farbstoffe üblichen Färbe- und Druckmethoden und Fixierweisen, farbstarke Färbungen und Drucke mit sehr guten Echtheitseigenschaften und den in den Tabellenbeispielen angegebenen Farbtönen liefern.

25

BNSDOCID: <EP \_\_\_0048355A1 | >

.:.. ...

•				Stellg.	Farbton auf
	Bsp.	B <sub>2</sub>	<sup>D</sup> 1	von <sup>HO</sup> 3 <sup>S-</sup>	Paurwolle
_	43	4"-(B-Sulfatoäthyl- sulfonyl)-phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3	marineblau
5	44	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	3	marineblau
	45	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen	3	schwarz
	46	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	3	schwarz
10	47	dito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	3	marineblau
	48	dito	3',7'-Disulfo -1',5'- naphthylen	3	marineblau
15	49	dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
15	50	dito	m-Phenylen	3	schwarz
	51	dito	4',6'-Disulfo-1',3'- phenylen	4	marineblau
	52	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	4	marineblau
20	53	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen	4	schwarz
	54	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	4	schwarz
	55	dito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	4	marineblau
25	56	dito	3',7'-Disulfo-1',5'- naphthylen	4	marineblau
	57	dito	p-Phenylen	<u>4</u>	grünstichig schwarz
	58	dito	m-Phenylen	4	schwarz
30	59	dito	2',5'-Disulfo-1',4'- phenylen	4	grünstichig schwarz
	60	3"-(ß-Sulfatoäthyl- sulfonyl)-phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3	marineblau
	61	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	3	marineblau
35	62	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen	3	schwarz
	63	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	3	schwarz
	64	dito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	3	marineblau
40	65	dito	3',7'-Disulfo -1',5'- naphthylen	3	marineblau

PNCCCCID: <ED 004935541 1

14 Table 14

CONTRACTOR CONTRACTOR

ACCOUNTS AND THE PARTY OF THE P

÷			- 22 -		00	48355
_				Stell	•	Parbton auf.
	Bsp.	B <sub>2</sub>	D <sub>1</sub>	von HO <sub>3</sub> S-	-	Baumwolle
•	66	3"-(B-Sulfatoäthyl- sulfonyl)-phenyl	p-Phenylen	1	3	grünstichig schwarz
5	67	dito	m-Phenylen		3	schwarz
	68	dito	4',6'-Disulfo-1',3' phenylen	'-	4	marineblau
	69	dito	5'-Sulfo-2'-methyl 1',3'-phenylen	1-	4	marineblau
С	70	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen		4	schwarz
	71	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen		4	schwarz
	72	dito	4',8'-Disulfo-2',6 naphthylen	'-	4.	marineblau
5	73	dito	3',7'-Disulfo-1',5 naphthylen	'-	4	marineblau
	74	dito	p-Phenylen		4	grünstichig schwarz
13	75	dito	m-Phenylen		4	schwarz
0	76	dito	2',5'-Disulfo-1',4 phenylen	'- <u> </u>	4	grünstichig schwarz
	77	2"-Methoxy-5"-methyl- 4"-(B-sulfatoäthyl- sulfonyl)-phenyl	4',6'-Disulfo-1', phenylen	3'-	3	marineblau
	78	dito	5'-Sulfo-2'-methy 1',3'-phenylen	1-	3	marineblau
:5	<b>7</b> 9	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen		3	schwarz
	80	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylon		3	schwarz
	81	dito	4',8'-Disulfo-2',6 naphthylen	'-	3	marineblau
30	82	dito	3',7'-Disulfo -1',5 naphthylen	5'-	3	marineblau
	83	dito ·	p-Phenylen		3	grünstichig schwarz
•	84	dito	m-Phenylen	İ	3	schwarz
35	85	dito	4',6'-Disulfo-1',3' phenylen	'-	4	marineblau
,,	86	dito	5'-Sulfo-2'-methy: 1',3'-phenylen	1-	4	marineblau
	87	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen		4	schwarz
40	88	dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen		4	schwarz

TO SERVICE TO THE PROPERTY OF 
West State of the Control of the Con

. •		•		Stellg	Farbton auf
	Bsp.	В2	<sup>D</sup> 1	von HO <sub>3</sub> S-	Baumwolle
5	89	2"-Methoxy-5"-methyl- 4"-(B-sulfatoäthyl- sulfonyl)-phenyl	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	4	marineblau
	90	dito	3',7'-Disulfo-1',5'- naphthylen	4	marineblau
	91	dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
10	92	dito	m-Phenylen	4	schwarz
	93	dito	2',5'-Disulfo-1',4'- phenylen	4	grünstichig schwarz
	94	2",5"-Dimethoxy-4"-(B- sulfatoäthylsulfonyl)- phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'- phenylen	,3	marineblau
15	95	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	3	marineblau
	96	dito .	4'-Methyl-1',3'- phenylen	3	schwarz
	97	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	3	schwarz j
20	98	đito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	3	marineblau
	99	dito	3',7'-Disulfo -1',5'- naphthylen	3	marincblau
	100	dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
25	101	dito	m-Phenylen	3	schwarz
	102	dito	4',6'-Disulfo-1',3'- phenylen	4	marineblau
•	103	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	4	marineblau
30	104	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen	4	schwarz
	105	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	4	schwarz
	106	dito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	4	marineblau
<sup>35</sup> .	107	dito	3',7'-Disulfo-1',5'- naphthylen	4	marineblau
	108	dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
	109	dito	m-Phenylen	4	schwarz
40	110	dito	2',5'-Disulfo-1',4'- phenylen	4	grünstichig schwarz

BNSDOCID: <EP 0048355A1 1 >

CONTRACTOR

OBJANOSTANIS BEING NATIONAL TOUR OF THE TOUR

CONSTRUCTION OF PROPERTY OF STREET, ST

same after Base Monthly of the country of the country

			24 -		8355
				Stellg. von	Farbton, auf
•	Bsp.	<sup>B</sup> 2	<sup>D</sup> 1	110 <sub>3</sub> s-	Baumwolle
	111	4"- N-methyl-N-(B-sulfato- äthylsulfonyl) -phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'- phenylen	3	marineblau
5	112	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	3	marineblau
	113	dito .	4'-Methyl-1',3'- phenylen	3	schwarz
	114	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	3	schwarz
10	115	dito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	3	marineblau
	116	dito	3',7'-Disulfo -1',5'- naphthylen	3	marineblau
	117	dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
15	118	dito	m-Phenylen	3	schwarz
,	119	dito	4',6'-Disulfo-1',3'- phenylen	4	marineblau
٠.	120	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	4	marineblau
20	121	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen	4	schwarz
	122	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	4	schwarz
	123	dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	4	marineblau
25	124	dito	3',7'-Disulfo-1',5'- naphthylen	4	marineblau
	125	dito ·	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
	126	dito	m-Phenylen	4	schwarz
30	127	dito	2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4	grünstichig schwarz
	128	3"-(B-Sulfatoäthyl- sulfonyl-methyl)- phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'- phenylen	3	marineblau
	129	dito	5!-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	3	marineblau
35	130	dito .	4'-Methyl-1',3'- phenylen	3	schwarz
	131	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	3	schwarz
40	132	dito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	3	marineblau

STANSBURGERS

ARCHAEL CONTRACTOR OF THE TRACTOR AND THE

. •				Stellg.	Farbton auf
	Bsp.	В2	D <sub>1</sub>	von HO <sub>3</sub> S-	Baumwolle
5	133	3"-(B-Sulfatoathyl-sulfonyl-methyl)-phenyl	3',7'-Disulfo -1',5'- naphthylen	3	marineblau
	134	dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
	135	dito	m-Phenylen	3	schwarz
10	136	dito	4',6'-Disulfo-1',3'- phenylen	4	marineblau
,,	137	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	4	marineblau
	138	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen	4	schwarz
15	139	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	4	schwarz
	140	dito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	4	marincblau
	141	dito	3',7'-Disulfo-1',5'- naphthylen	4	marineblau
20	142	dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
	143	dito	m-Phenylen	4	schwarz
	144	dito	2',5'-Disulfo-1',4'- phenylen	4	grünstichig schwarz
25	145	6"-Methyl-3"-(B-sul- fatoäthylsulfonyl)- phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'- phenylen	3	marineblau
	146	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	3	marineblau
•	147	dito .	4'-Methyl-1',3'- phenylen	3	schwarz
30	148	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	3	schwarz
	149	dito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	3	marineblau
	150	dito	3',7'-Disulfo-1',5'- naphthylen	3	marineblau
35 .	151	dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
	152	dito	m-Phenylen	3	schwarz
	153	dito	4',6'-Disulfo-1',3'- phenylen	4	marineblau
40	154	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	4	marineblau

KELT, TECKNOM TO

			- 20 -	• -	
•				Stellg. von	
	Bsp.	<sup>B</sup> 2	<sup>D</sup> 1	HO <sub>3</sub> S-	Baumwolle
5	155	6"-Methyl-3"-(B-sul- fatoäthylsulfonyl)- phenyl	4'-Methyl-1',3'- phenylen	4	schwarz
	156	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	4	schwarz
	157	dito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	4	marineblau
10	158	dito	3',7'-Disulfo-1',5'- naphthylen	4	marineblau
	159	dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
	160	dito	m-Phenylen	4.	schwarz
	161		2',5'-Disulfo-1',4'- phenylen	4	grünstichig schwarz
15	162	4",6"-Dimethoxy-3"-(B- sulfatoäthylsulfonyl)- phenyl		3	marineblau
. 4	163	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	3	marineblau
20	164	dito .	4'-Methyl-1',3'- phenylen	3	schwarz
	165	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	3	schwarz
	166	dito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	3	marineblau
25	167	dito	3',7'-Disulfo -1',5'- naphthylen	3	marineblau
	168	dito	p-Phenylen	3.	grünstichig schwarz
,	169	dito	m-Phenylen	3	schwarz
30	170	dito	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	4.	marineblau
	171	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	4	marincblau
	172	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen	4	schwarz
35	. 173	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	4	schwarz
	174	dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	4	marineblau
	175	dito	3',7'-Disulfo-1',5'- naphthylen	4	marineblau

TO COMPANY OF THE PARTY OF THE

A CAMPINE MANAGER & CPANAGES (SECTION)

A STATE OF THE STA

		-	27 -		
•				Stellg	Farbton auf
	Bsp.	В2	D <sub>1</sub>	von HO <sub>3</sub> S-	Baumwolle
5	1/6	4",6"-Dimethoxy-3"-(ß- sulfatoäthylsulfonyl)- phenyl	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
	177	dito	m-Phenylen	4	schwarz
·	178	dito	2',5'-Disulfo-1',4'- phenylen	4	grünstichig schwarz
10	179	4"-Methoxy-3"-(ß-sul- fatoäthylsulfonyl)- phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'- phenylen	3	marineblau
	180	'dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	3	marineblau
	181	dito .	4'-Methyl-1',3'- phenylen	3	schwarz
15	182	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	3	schwarz
	183	dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3	marineblau
	184	dito	3',7'-Disulfo -1',5'-naphthylen	3	marineblau
20	185	dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
	186	dito	m-Phenylen	3	schwarz
	187	dito	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	4	marineblau
25	188	dito .	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	4	marinebl.au
	189	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen	4	schwarz
	190	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen .	4	schwarz
30	191	dito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	4	marineblau
	192	dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	4	marineblau
	193	dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
35	194	dito	m-Phenylen	4	schwarz
	195	dito	2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4	grünstichig schwarz
					•

COMMENS.

THE STATE OF STATE OF THE STATE OF

TANK MARKATAR TRANSPORT

THE REPORT OF THE PROPERTY OF

				Stellg.	8355 Farbton auf
	Bsp.	В2		von IIO <sub>3</sub> S-	Baumwolle
	196	1"-Sulfo-6"-(B-sulfa- toäthylsulfonyl)-2"- naphthyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3	marineblau
5	197	·dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	3	marineblau
	198	dito .	4'-Methyl-1',3'- phenylen	3	schwarz
	199	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	3	schwarz
0	200	dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3	marineblau
	201	dito	3',7'-Disulfo -1',5'- naphthylen	3	marineblau
	202	dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
15	203	dito	m-Phenylen	3	schwarz
	204	'dito	4',6'-Disulfo-1',3'- phenylen	. 4	marineblau
	205	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	4	marineblau
50	206	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen	4	schwarz
•	207	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	4	schwarz
	208	dito	4',8'-Disulfo-2',6'- naphthylen	. 4	marineblau
25	209	dito	3',7'-Disulfo-1',5'- naphthylen	4	marineblau
	210	dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
	211	dito	m-Phenylen	4	schwarz
30	212	dito	2',5'-Disulfo-1',4'- phenylen	4	grünstichig schwarz
	213	6"-Sulfo-8"-(B-sulfa- toäthylsulfenyl)-2"- naphthyl	4',6'-Disulfo-1',3' phenylen	3	marineblau
	214	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	3	marineblau
35	215	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen	3	schwarz
	216	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	3	schwarz

.:..

		•			
•				Stellg.	Farbton auf Baumwolle
	Bsp.	B <sub>2</sub>	<sup>D</sup> 1	HO <sub>3</sub> S-	
5	217	6"-Sulfo-8"-(B-sulfa- toäthylsulfonyl)-2"- naphthyl	4',8'-Disulfo- 2',6'-naphthylen	3	marineblau
	218	dito	3',7'-Disulfo- 1',5'-naphthylen	3	marineblau
	219	dito	p-Pnenylen	3	grünstichig schwarz
10	220	dito	m-Phenylen	3	schwarz
	221	dito	4',6'-Disulfo- 1',3'-phenylen	4	marineblau
	222	dito	5'-Sulfo-2'-methyl- 1',3'-phenylen	4	marineblau
15	223	dito	4'-Methyl-1',3'- phenylen	4	schwarz
	224	dito	4'-Methoxy-1',3'- phenylen	4	schwarz
	225	dito	4',8'-Disulfo- 2',6'-naphthylen	4	marineblau
20	226	dito	3',7'-Disulfo- 1',5'-naphthylen	4	marineblau
	227	dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
	228	dito	m-Phenylen	4	schwarz
	229	dito	2',5'-Disulfo- 1',4'-phenylen	4	grünstichig schwarz

Contraction of the Contraction o

Chicago and Control

A SECTION OF SECTION AND SECTION OF THE SECTION OF

#### Beispiel 230

Eine neutrale Lösung von 28,1 Teilen Anilin-4-B-sulfatoäthylsulfon in 100 Teilen Wasser wird unter Rühren in eine Suspension gegossen, die durch Einrühren einer Lösung von 5 19,5 Teilen Cyanurchlorid in 100 Volumenteilen Aceton in ein Gemisch aus 200 Teilen Wasser und 200 Teilen Eis erhalten wird. Dieses Reaktionsgemisch wird bei einer Temperatur von 0 bis 5°C und einem pH-Wert von 3 bis 4 eine Stunde lang gerührt, wobei der pH-Wert mittels etwa 8,4 Teilen Natrium-10 bicarbonat gehalten wird. Anschließend wird zu der erhaltenen Suspension des primären Kondensationsproduktes eine neutrale Lösung von 26,8 Teilen 1,4-Diaminobenzol-2,5disulfonsäure in 200 Teilen Wasser gegeben; dieser Reaktionsansatz wird bei 25 bis 28°C und bei einem pH-Wert von 15 6,5 bis 7,2 etwa 18 Stunden lang gerührt. Das gebildete sekundäre Reaktionsprodukt ist in der erhaltenen Lösung klar gelöst; zu dieser Lösung gibt man 250 Teile Eis und 60 Volumenteile einer 31 %igen wäßrigen Salzsäure und diazotiert sodann bei einer Temperatur von 0 bis 5°C durch 20 tropfenweise Zugabe von 20 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung. Die erhaltene Diazoniumsalzlösung wird bei einer Temperatur zwischen 0 und 10°C und bei einem pH-Wert von 2,5 bis 3,0 in eine Lösung von 31,9 Teilen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure in 1500 Teilen Wasser 25 eingetropft, wobei der pH-Wert durch portionsweises Eintragen von 63 Teilen kristallisiertem Natriumacetat gehalten wird. Nach beendeter Kupplung wird die gebildete Monoazoverbindung mittels Kaliumchlorid ausgefällt und abgesaugt.

Der feuchte Filterkuchen der Monoazoverbindung wird in 500 Teilen Wasser gelöst und diese Lösung mit einer Diazoniumsalzlösung versetzt, die wie nachfolgend angegeben hergestellt wird: Eine Lösung von 19,5 Teilen Cyanurchlorid in 100 Volumenteilen Aceton wird unter Rühren in ein Gemisch aus 200 Teilen Wasser und 200 Teilen Eis einfließen lassen. Zu dieser Suspension gibt man eine neutrale Lösung von 34,1 Teilen 2,5-Dimethoxyanilin-4-B-sulfatoäthylsulfon in einem Gemisch aus 140 Teilen Wasser und 60 Teilen Eis;

CONTRACTOR CONTRACTOR

die Kondensationsreaktion wird bei einem pH-Wert von 3,0 bis 4,5 durchgeführt, welcher mittels Natriumbicarbonat eingehalten wird. Nach einstündigem Rühren gibt man eine neutrale Lösung von 18,8 Teilen 1,4-Diaminobenzol-2-sulfon-5 säure in 200 Teilen Wasser zu dem so hergestellten primären Kondensationsprodukt und führt die zweite Kondensationsreaktion während 10 Stunden bei einem pH-Wert von 6,2 bis 6,8 und einer Temperatur von 28 bis 30°C durch. Die erhaltene Lösung des sekundären Kondensationsproduktes wird anschlie-Bend mit 40 Volumenteilen einer 31 %igen wäßrigen Salzsäure versetzt, auf 0 bis 5°C gekühlt und mittels 20 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung diazotiert. Diese Diazoniumsalzlösung wird mit Natriumbicarbonat auf einen pH-Wert von 5,5 bis 5,8 gestellt und, wie oben erwähnt, zu der Lösung der Monoazoverbindung gegeben.

Diese zweite Kupplungsreaktion führt man bei einem pH-Wert von 5,5 bis 6,5 und bei einer Temperatur von 23 bis 25°C durch. Die gebildete Disazoverbindung wird mittels Kalium-20 chlorid ausgefällt, abgesaugt, getrocknet und gemahlen. Man erhält ein schwarzes, elektrolythaltiges (vorwiegend Kaliumchlorid) Pulver, das das Alkalimetallsalz, vorwiegend Kaliumsalz, der Verbindung der Formel

enthält. Diese Verbindung besitzt sehr gute Farbstoffeigenschaften und liefert nach den für faserreaktive Farbstoffe 35 üblichen Applikations- und Fixierverfahren auf Cellulose-

15

÷

.

fasermaterialien Färbungen und Drucke mit grünstichig schwarzer Nuance von sehr guten Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten, wie insbesondere die sehr gute Waschechtheit, Schweiß-, Wasser-, Meerwasser-, Säure- und Alkaliechtheit, 5 weiterhin sehr gute Reib- und Plissierechtheiten.

#### Beispiele 231 bis 237

そのの時間がでいる。

DAIGHOOID: -ED

25

Verfährt man in erfindungsgemäßer Verfahrensweise zur Her-10 stellung der erfindungsgemäßen Verbindungen der allgemeinen Formel (1) analog den Angaben des Beispieles 230, setzt jedoch anstelle der dort angegebenen Reaktionskomponenten die aus den nachfolgenden Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel (C) ersichtlichen Ausgangskompcnenten (Anilinderivate mit der B-Sulfatoäthylsulfonylgruppe, Cyanurchlorid und einer Diaminobenzol-mono- oder -disulfonsäure für die beiden sekundären Kondensationsprodukte, die als Diazokomponente dienen, sowie die 1-Amino-8-naphthol-3,6oder -4,6-disulfonsäure als Kupplungskomponente) ein, so 20 erhält man die in diesen Tabellenbeispielen unter Bezugnahme auf die allgemeine Formel (C) genannten erfindungsgemäßen Disazoverbindungen, die sehr gute Farbstoffeigenschaften besitzen und nach den in der Technik üblichen Applikationsund Fixiermethoden für faserreaktive Farbstoffe Färbungen und Drucke mit guten Echtheiten in den in den Tabellenbeispielen angegebenen Farbtönen liefern.

30 
$$H_{2}^{N}$$
  $H_{2}^{N}$   $H$ 

Farbton auf   Baumwolle	grünstichig schwarz	grünstichig marineblau	marineblau	marineblau	dunkelblau	dunkelblau	marineblau
Stellg. von	ю	m	m	m	4	4	m
D 3	HO <sub>3</sub> S	IIO38	H <sub>H03</sub> s	HOSS	S.CH.		S <sup>c</sup> Oil
Q	SO 3HE	SO <sub>3</sub> H	Sos 3 H	02-02-03-13-13-13-13-13-13-13-13-13-13-13-13-13	So.	E.C.	S S S S S S S S S S S S S S S S S S S
B <sub>4</sub>		GH 3	CH <sub>3</sub> O				CH <sub>3</sub>
B 3							CH CH
Bsp.	231	232	233	234	235	236	237

The State of the S

Control of the second of the s

TO A CONTROL TO SERVE STORY OF THE SERVE STORY OF T

## Beispiel 238

Man verfährt in der im Beispiel 1 angegebenen Verfahrensweise, ersetzt jedoch das Anilin-4-B-sulfatoäthylsulfon jeweils durch die äquivalente Menge (29,7 Teile) Anilin-4-B-thiosulfatoäthylsulfon. Es wird ein elektrolythaltiges Farbstoffpulver erhalten, das das Alkalimetallsalz der Verbindung der Formel

enthält. Diese Disazoverbindung stellt ebenfalls einen sehr guten Farbstoff dar, der im Vergleich zu dem Farbstoff

20 des Beispieles 1 ähnlich gute coloristische Eigenschaften und Echtheiten aufweist. Er läßt sich auf natürlichen und synthetischen Polyamidfasermaterialien, insbesondere jedoch auf natürlichen und regenerierten Cellulosefasermaterialien, wie vorzugsweise Baumwolle, nach den insbesondere für faser
25 reaktive Farbstoffe üblichen Applikations- und Fixiermethoden anwenden.

#### Beispiel 239

Man stellt gemäß den Angaben des Beispieles 1 die Monoazoverbindung her und löst sie in 500 Teilen Wasser. Die zweite Kupplungsreaktion wird mit einer anderen Diazoniumverbindung durchgeführt, die wie folgt hergestellt wird: Eine Lösung von 19,5 Teilen Cyanurchlorid in 100 Volumenteilen Aceton wird in ein Gemisch aus 200 Teilen Wasser und 100 Teilen Eis eingerührt. Zu dieser Suspension gibt man

eine Lösung aus 17,3 Teilen Anilin-3-sulfonsäure in 100 Teilen Wasser und 50 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natronlauge; die Kondensationsreaktion wird bei 0°C und bei einem pH-Wert von 3 bis 4 durchgeführt, wobei dieser pH mittels 5 Natriumbicarbonat gehalten wird. Nach einer Stunde gibt man eine neutrale Lösung von 18,8 Teilen 1,4-Diaminobenzol-2sulfonsäure in 200 Teilen Wasser hinzu und läßt die zweite Kondensationsreaktion bei einem pH-Wert von 5,5 bis 6,5 und einer Temperatur von 25 bis 28°C unter mehrstündigem Rühren ablaufen. Nach beendeter Kondensation wird die Lösung geklärt, mit 35 Volumenteilen einer 31 %igen wäßrigen Salzsäure angesäuert, mit 500 Teilen Eis versetzt und durch langsame Zugabe von 20 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung diazotiert. Wie üblich, wird danach 15 überschüssige salpetrige Säure mit etwas Amidosulfonsäure zerstört. Die Diazoniumsalzsuspension wird sodann mit 17,8 Teilen Natriumbicarbonat auf einen pH-Wert von 5,5 bis 6,5 eingestellt und, wie oben erwähnt, mit der Lösung der Monoazoverbindung bei einem 20 pH-Wert von 5,5 bis 6,5 gekuppelt. Die gebildete Disazoverbindung wird mit Kaliumchlorid ausgesalzen, abgesaugt und getrocknet. Es wird ein schwarzes, elektrolythaltiges (vorwiegend Kaliumchlorid) Farbstoffpulver erhalten, das zu etwa 40 bis 45 % das Alkalimetallsalz, vorwiegend Kaliumsalz der Verbindung der Formel 25

30 
$$SO_2$$
  $SO_3H$   $SO$ 

10

15

20

30

八五章 學等人 化原放电路

#### Beispiele 240 bis 255

Verfährt man in erfindungsgemäßer Verfahrensweise zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen der allgemeinen Formel (1) analog den Angaben des Beispieles 239, setzt jedoch anstelle der dort angegebenen Reaktionskomponenten die aus den nachfolgenden Tabellenbeispielen in Verbindung mit den allgemeinen Formeln (D) und (E) ersichtlichen Ausgangskomponenten (Anilinderivate, die eine B-Sulfatoäthylsulfonylgruppe besitzen oder von dieser frei sind, Cyanurchlorid und eine Diaminobenzol-Verbindung für die beiden sekundären Kondensationsprodukte, die als Diazokomponente dienen, sowie die 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure als Kupplungskomponente) ein, so erhält man die in diesen Tabellenbeispielen unter Bezugnahme auf die allgemeinen 25 Formeln (D) und (E) genannten erfindungsgemäßen Disazoverbindungen, die sehr gute Farbstoffeigenschaften besitzen und nach den in der Technik üblichen Applikations- und Fixiermethoden für faserreaktive Farbstoffe Färbungen und Drucke mit quten Echtheiten in den in den Tabellenbeispielen angegebenen Farbtönen liefern.

RNSDOCIO: <FP

					- 31 -		004	48355
_	Farbton auf Baumwolle	grünstichig schwarz	grünstichig schwarz	grünstichig marineblau	schwarz	rotstichig marineblau	dunkelblau	marineblau '
	Stellg. von	ε	m	· m	m	m	m	4
	B5	-NH-	-N- -N- -N- -N- -N- -N- -N- -N- -N- -N-	-N-CH2-CH2 $CH3 SO3H$	-NH2	-N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	-N-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> OH	-HN-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> COOH
	D3	SO 3 H SO	dito	% % %	dito	HO <sub>3</sub> S SO <sub>3</sub> H		SO <sub>3</sub> H
-	. D2.	SO <sub>3</sub> H	dito	dito SO <sub>3</sub> H	SO <sub>3</sub> H	So <sub>3</sub> H	No.	CH <sub>3</sub>
-	E m		<u></u>			OCH <sub>3</sub>		
	Bsp.	240	241	242	243	244	245	246

The state of the s

A CONTRACTOR OF THE PROPERTY O

549

	·
Farbton auf Baumwolle	schwarz
Stellg. von HO <sub>3</sub> S-	m ·
B <sub>S</sub>	-NH-SO3H
D3	HO <sub>3</sub> S
D2	SO <sub>3</sub> H
. E	
Bap.	247

( <u>B</u>		m	20	Н2
ี่ บี_	z- { z-	NH——N——NH-B3	- S —	но <sub>3</sub> so-сн <sub>2</sub> -сн <sub>2</sub>
	H <sub>2</sub> N OH	-HN-EQ-N=N-D3-NH-	3 Y SO <sub>2</sub> H	ກ
[]-	N.	$B_6 - \downarrow N \longrightarrow NH-D_2-N=N-$	o d	

Bsp.

248

一年 多年 新

1.00 (September 1997)

TO THE REPORT AND DESIGNATION OF THE PARTY O

Farbton auf Baumwolle	marineblau	marineblau	grünstichig marineblau	grünstichig marineblau	dunkelblau	schwarz
Stellg. von HO3S-	ю	M	m	n.	4	m
ВЗ				CH <sub>3</sub> O		CH <sub>3</sub>
D3	SO <sub>3</sub> H	HO <sub>3</sub> s	SO <sub>3</sub> H	So <sub>3</sub> H	<u></u>	SO334
D2	SO <sub>3</sub> H	SO <sub>3</sub> H	SO <sub>3</sub> H	dito SO <sub>3</sub> H	So <sub>2</sub> Hr	HO35 SO3H
9 8	- HN - OS	H <sub>2</sub> N-	OH OH	CH2-CH2-N-   SO3H CH3	CH2-CH2-N-   CH2-CH2-N-   CH3	
Bsp.	250	251	252	253	254	2 55 5

CONTROL OF THE PROPERTY OF THE CONTROL OF THE CONTR

### Beispiel 256

Gemäß den Angaben des Beispieles 1 wird die Monoazoverbindung hergestellt und in 500 Teilen Wasser gelöst. Die zweite Kupplungsreaktion erfolgt mit einem Diazoniumsalz, das wie nachstehend beschrieben hergestellt wird: 28,1 Teile Anilin-4-B-sulfatoäthylsulfon werden in einem Gemisch aus 100 Teilen Wasser und 50 Teilen Eis suspendiert und durch Zugabe von 7,3 Teilen Natriumcarbonat neutral gelöst. Sodann fügt man 20,3 Volumenteile einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung hinzu und läßt dieses Gemisch auf eine Mischung 10 aus 26 Volumenteilen einer 31 %igen wäßrigen Salzsäure und 150 Teilen Eis laufen. Die erhaltene Suspension sodann überschüswird noch eine Stunde weiter-gerührt, sige salpetrige Säure mit Amidosulfonsäure zerstört und das Reaktionsprodukt mit 7 Teilen Natriumbicarbonat auf 15 einen pH-Wert von 5,7 bis 6,2 gestellt. -Die Lösung der Monoazoverbindung wird, wie oben erwähnt, zu der so hergestellten Diazoniumsalzsuspension gegeben, wobei der pH-Wert durch portionsweise Zugabe von 16,3 Teilen Natriumbicarbonat auf 5,7 bis 6,2 gehalten wird. Nach 20 mehrstündigem Rühren ist die Kupplung beendet und die gebildete Disazoverbindung wird mit Kaliumchlorid ausgesalzen, abgesaugt und getrocknet.

25 Es wird ein schwarzes, elektrolythaltiges Pulver erhalten, das zu etwa 45 % das Alkalimetallsalz, vorwiegend Kaliumsalz, der Verbindung der Formel

enthält. Diese zeigt sehr gute Farbstoffeigenschaften und liefert nach den für faserreaktive Farbstoffe üblichen Applikations- und Fixiermethoden auf Cellulosefasermaterialien kräftige schwarze Färbungen von sehr guten Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten, wie insbesondere die sehr gute Wasch-, Meerwasser- und Schweißechtheit. Daneben weist der Farbstoff einen sehr hohen Fixiergrad und eine gute Auswaschbarkeit der nicht fixierten Anteile auf.

## 10 Beispiele 257 bis 265

Man verfährt in erfindungsgemäßer Weise analog der in Beispiel 256 beschriebenen Verfahrensweise zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Disazoverbindung, setzt jedoch anstelle der dort angegebenen Reaktionskomponenten die aus 15 den nachfolgenden Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel (F) ersichtlichen Reaktionskomponenten (Anilinverbindung mit einer B-Sulfatoäthylsulfonylgruppe, Cyanurchlorid und eine Diaminobenzolverbindung zur Herstellung des als Diazokomponente dienenden Kondensations-20 produktes, 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure und eine Anilinverbindung mit einer B-Sulfatoäthylsulfonylgruppe als zweite Diazokomponente) ein, so erhält man die in den Tabellenbeispielen unter Bezugnahme auf die Formel (F) angegebenen erfindungsgemäßen Disazoverbindungen, die 25 ebenfalls sehr gute Farbstoffeigenschaften besitzen und nach den für faserreaktive Farbstoffe üblichen Applikationsund Fixiermethoden auf bevorzugt Cellulosefasermaterialien farbkräftige Färbungen und Drucke mit den in den Beispielen angegebenen Nuancen liefern. Auch diese Färbungen und Drucke zeichnen sich durch gute Echtheiten aus.

STATE OF THE PARTY 
•	Bsp.	В <sub>3</sub>	D <sub>2</sub>	D <sub>4</sub>	Stellg. von HO3S-	Farbton auf Baumwolle
_	257		SO <sub>3</sub> H		3	schwarz
5	258	OCH <sub>3</sub>	dito	SO <sub>3</sub> H	3	schwarz
10	259	Ċн <sub>3</sub>	dito	Br	3	schwarz
	260		SO <sub>3</sub> H	cı	3	schwarz
15	261		SO <sub>3</sub> H	OCH <sub>3</sub>	3	grünstichi marineblau
20	262		dito	OCH <sub>3</sub>	3	marineblau
25	263	OCH <sub>3</sub>	HO3S	SO <sub>3</sub> H CH <sub>3</sub>	4	rotstichig schwarz
30	264	OCH <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub> H	CH30	3	schwarz
25	265			503H	3	schwarz

35

The contraction of the contracti

TO THE PROPERTY OF THE PARTY OF THE PROPERTY O

A SANCESTER RESPONSE TO THE SANCEST OF THE SANCES OF THE S

#### Beispiel 266

不可以為 可受力 人名阿里斯斯特克罗斯

Ein Gemisch aus einer neutralen Lösung von 28,1 Teilen Anilin-4-B-sulfatoäthylsulfon in 150 Teilen Wasser und 20,3 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung 5 wird bei 0 bis 5°C unter Rühren in ein Gemisch aus 26 Volumenteilen einer 31 %igen wäßrigen Salzsäure und 150 Teilen Eis einlaufen lassen. Die entstehende Suspension wird noch eine Stunde gerührt und überschüssige salpetrige Säure mit Amidosulfonsäure zerstört. Sodann wird zur Kupplungsreaktion eine Lösung von 31,9 Teilen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure in 500 Teilen Wasser, die mit Salzsäure auf einen pH-Wert von 4 gestellt ist, versetzt. Der pH-Wert der Kupplung wird mit Natriumacetat bei 3 bis 3,5 gehalten. Nachdem die erste Kupplungsreaktion beendet ist, wird die gebil-15 dete Monoazoverbindung mit einer Diazoniumsalzlösung in der zweiten Kupplungsreaktion umgesetzt Diese Diazoniumsalzlösung wird wie folgt hergestellt: Eine neutrale Lösung von 28,1 Teilen Anilin-4-ß-sulfatoäthylsulfon in 100 Teilen Wasser wird zu einer Suspension gegossen, die durch Einrühren einer Lösung von 19,5 Teilen 20 Cyanurchlorid in 100 Volumenteilen Aceton in ein Gemisch aus 200 Teilen Wasser und 200 Teilen Eis erhalten wird. Die Kondensationsreaktion wird bei 0 bis 5°C und einem pH-Wert von 3 bis 4 eine Stunde unter Rühren weitergeführt, wobei der pH-Wert durch portionsweise Zugabe von Natriumbicarbonat (etwa 8,4 Teile) gehalten wird. Die so hergestellte Suspension des primären Kondensationsproduktes wird anschließend mit einer neutralen Lösung von 26,8 Teilen 1,4-Diaminobenzol-2,5-disulfonsäure in 200 Teilen Wasser versetzt und bei 25 bis 28°C und einem pH-Wert von 6,5 bis 7,2 etwa 18 Stunden lang gerührt. Zu der so erhaltenen klaren Lösung des sekundären Kondensationsproduktes werden 250 Teile Eis und danach 60 Teile einer wäßrigen 31 %igen Salzsäure gegeben,

und das Kondensationsprodukt wird bei 0 bis 5°C durch lang-

35 same Zugabe von 20 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natrium-

BUSDOOID SED MARRESAT IS

nitritlösung diazotiert.

Diese Diazoniumsalzlösung wird mit Natriumbicarbonat auf einen pH-Wert von 5,5 bis 6 gestellt und, wie oben erwähnt, mit der Monoazoverbindung gekuppelt, wobei die Kupplungsreaktion bei einem pH-Wert von 5,8 bis 6,2 durchgeführt wird. Nach mehrstündigem Rühren wird die gebildete Disazoverbindung mit Kaliumchlorid ausgefällt, abgesaugt und getrocknet.

10 Es wird ein schwarzes, elektrolythaltiges Pulver erhalten, das das Alkalimetallsalz, vorzugsweise Kaliumsalz, der Verbindung der Formel

zu etwa 50 % enthält. Diese Disazoverbindung besitzt sehr gute Farbstoffeigenschaften und färbt nach den für Reaktiv-25 farbstoffe üblichen Färbe- und Druckverfahren Cellulosefasermaterialien in schwarzen Tönen mit sehr guten Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten.

## Beispiele 267 bis 273

Verfährt man in erfindungsgemäßer Weise zur Herstellung von erfindungsgemäßen Disazoverbindungen, so beispielsweise analog einer der oben angegebenen Verfahrensweisen der Ausführungsbeispiele, vorzugsweise analog dem Beispiel 266, und setzt hierzu entsprechende Reaktionskomponenten (als erste Diazokomponente ein Anilin mit einer B-Sulfatoäthylsulfonylverbindung, als zweite Diazokomponente ein Reaktionsprodukt

RNSOCCIO- «EP ON4835541 I s

aus einer Anilinverbindung mit einer ß-Sulfatoäthylsulfonylgruppe, Cyanurchlorid und einer Diaminobenzol-Verbindung
sowie als Kupplungskomponente 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder
-4,6-disulfonsäure) ein, wie sie aus den nachfolgenden

5 Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel
(G) ersichtlich sind, so erhält man die in den nachfolgenden Tabellenbeispielen mit den dort angegebenen Formelresten
der Formel (G) gekennzeichneten wertvollen Disazoverbindungen entsprechend der allgemeinen Formel (1), die ebenfalls

10 sehr gute Farbstoffeigenschaften besitzen und nach in der
Technik üblichen Applikations- und Fixiermethoden für faserreaktive Farbstoffe auf Cellulosefasermaterialien kräftige,
echte Färbungen und Drucke mit den in den Beispielen angegebenen Farbtönen liefern.

15

			- 46 -		00 .lg. von	<b>48355</b>  Farbton auf
•	Bsp.	D <sub>4</sub>	D <sub>2</sub>	1	ю <sub>3</sub> s-	Baumwolle
5	267	SO <sub>3</sub> H	SO <sub>3</sub> H		3	schwarz
10	268	Br	SO <sub>3</sub> H		3	grünstichig schwarz
15	269		HO3S	сн <sub>3</sub> о	3	marineblau
20	270	C1 C1	HO3S SO3H	OCH <sub>3</sub>	3	dunkelblau
	271	SO3H	\$O <sub>3</sub> H		4	marineblau
25	272		dito	OCH <sub>3</sub>	3	schwarz
30	273		SO <sub>3</sub> H	CH <sub>3</sub>	4	schwarz
35	273a		HO3S		3	marineblau
	273b		dito		3	marineblau

### Beispiel 274

Es wird die Monoazoverbindung des Beispieles 266 hergestellt und zur Synthese der Disazoverbindung daraus die zweite Kupplungsreaktion gemäß den Angaben des Beispieles 239 5 durchgeführt. Nach üblicher Isolierung des Farbstoffes erhält man das Alkalimetallsalz der Verbindung der Formel

15

CONTRACTOR CONTRACTOR

in Form eines schwarzen, elektrolythaltigen Pulvers. Diese Verbindung zeigt sehr gute Farbstoffeigenschaften und liefert nach den in der Technik üblichen Applikations- und Fixierverfahren auf Cellulosefasermaterialien schwarze Färbungen und Drucke mit sehr guten Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten. Auf Wolle werden aus schwach saurem Bade ebenfalls schwarze Färbungen erhalten, deren Naßechtheiten nach ammoniakalischer Nachbehandlung ausgezeichnet sind.

# 25 Beispiele 275 bis 280

Man verfährt in erfindungsgemäßer Weise zur Herstellung der Verbindungen der allgemeinen Formel (1) analog einer der obengenannten Ausführungsbeispiele durch Umsetzung einer Diazokomponente mit einer ß-Sulfatoäthylsulfonylgruppe mit einer 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure mit anschließender Kupplung einer zweiten Diazokomponente aus einem Kondensationsprodukt einer Diaminobenzol-Verbindung mit Cyanurchlorid und einer Aminoverbindung. Setzt man hierfür die in den nachfolgenden Tabellenbeispielen in Ver-

gangskomponenten ein, so erhält man erfindungsgemäße Disazoverbindungen entsprechend der Formel (H), die sehr wertvolle faserreaktive Farbstoffeigenschaften besitzen und Cellulosefasermaterialien wie auch Wolle in echten Tönen mit den angegebenen Nuancen färben.

10 
$$\frac{1}{10} = \frac{1}{10} = \frac{1}{1$$

RNSDOCID: <FP 0048355A1 I

5

			- 45	_	00	,48355
				\Stel	llg. von	Farbton auf
	Bsp.	· D <sub>4</sub>	D <sub>2</sub>	B <sub>6</sub>	HO <sub>3</sub> S-	Baumwolle
5	275	Br	SO <sub>3</sub> H	CH <sub>3</sub>	3	schwarz
10	276	SO <sub>3</sub> H	SO <sub>3</sub> H	-N-СН <sub>2</sub> -СН <sub>2</sub>   1 2 1 СН <sub>3</sub> SO <sub>3</sub> Н	3	schwarz
15	277		HO3S	-NH-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>   ОН	3	marineblau
20	278	So <sub>3</sub> H	C1	-NH-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> l so <sub>3</sub> H	3	schwarz
25	279		SO3H	-N (С2 <sup>Н</sup> 5) 2	4	marineblau
. 30	280	c1 c1	SO <sub>3</sub> H	-nH <sub>2</sub>	3	grünstichig schwarz
	280a		Ho <sub>3</sub> s	-HN SO <sub>3</sub> H	3	marineblau

THE PROPERTY OF

Company was the terms of the control 
Notes and State of the Control of th

### Beispiel 281

Eine Lösung von 19,5 Teilen Cyanurchlorid in 100 Volumenin ein Gemisch aus 200 Teilen Wasser teilen Aceton wird und 100 Teilen Eis eingerührt. Zu der so erhaltenen Suspen-5 sion gibt man eine Lösung aus 17,3 Teilen Anilin-3-sulfonsäure, 100 Teilen Wasser und 50 Volumenteilen einer wäßrigen 2n-Natronlauge. Die erste Kondensationsreaktion wird bei 0 bis 5°C und bei einem pH-Wert von 3 bis 4 unter einstündigem Rühren durchgeführt. Anschließend wird eine neu-10 trale Lösung von 18,8 Teilen 1,4-Diaminobenzol-2-sulfonsäure in 200 Teilen Wasser zugegeben; diese zweite Kondensationsreaktion erfolgt bei einem pH-Wert von 5,5 bis 6,5 unter mehrstündigem Rühren bei 25 bis 28°C. Nach beendeter Kondensation wird die Lösung mit 35 Volumenteilen einer 15 wäßrigen 31 %igen Salzsäure und 500 Teilen Eis versetzt und durch langsame Zugabe von 20 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung bei einer Temperatur von 0 bis 5°C diazotiert. Nach Zerstörung überschüssiger salpetriger Säure wird die Diazoniumsalzlösung mit Natriumacetat auf einen 20 pH-Wert von 2,5 bis 3,0 gestellt und in der Kälte in eine

- 20 pH-Wert von 2,5 bis 3,0 gestellt und in der Kälte in eine Lösung von 31,9 Teilen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure in 1500 Teilen Wasser langsam (tropfenweise) gegeben; der pH-Wert wird hierbei mittels Natriumacetat bei 2,5 bis 3,0 gehalten. Nach beendeter Kupplung wird die gebildete Mono-
- 25 azoverbindung mit Kaliumchlorid ausgefällt und abgesaugt. Sie wird ohne vorheriges Trocknen in 2000 Teilen Wasser gelöst. Diese Lösung der Monoazoverbindung wird sodann bei einem pH-Wert von 5,5 bis 6,5 mit einer Diazoniumsalzsuspension aus 28,1 Teilen Anilin-4-8-sulfatoäthylsulfon (vgl.
- 30 Beispiel 256) versetzt. Die Kupplungsreaktion wird bei diesem pH-Wert unter mehrstündigem Rühren zu Ende geführt, die gebildete Disazoverbindung mit Natriumchlorid ausgefällt, abgesaugt und getrocknet.
- 35 Man erhält ein schwarzes, elektrolythaltiges Pulver, das

RNSOCCIO- EP DOMRSSSA1 I S

das Alkalimetallsalz, vorwiegend Natriumsalz, der Verbindung der Formel

in einem Anteil von etwa 50 % enthält. Diese Disazoverbindung besitzt sehr gute faserreaktive Farbstoffeigenschaften

15 und färbt nach den bekannten und üblichen Methoden Cellulosefasermaterialien, wie Baumwolle, in tiefen schwarzen
Tönen von sehr guten Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten,
wie insbesondere sehr gute Wasch-, Wasser-, Schweiß-, Alkaliund Säureechtheit.

20

### Beispiele 282 bis 292

Man verfährt in analoger Weise wie im vorherigen Beispiel
25 beschrieben zur Herstellung von erfindungsgemäßen Disazoverbindungen entsprechend der allgemeinen Formel (J)

30 
$$B_6 \xrightarrow{N}_{N}^{C1}_{NH-D_2-N=N} \xrightarrow{H_2N}_{3}^{H_2N}_{N=N-D_4}^{OH}_{N=N-D_4}$$
 (J)

die in den nachfolgenden Tabellenbeispielen durch die angegebenen Formelreste charakterisiert sind, indem man entsprechend zuerst eine Diazokomponente herstellt, die das Reaktionsprodukt eines Amins, Cyanurchlorid und einer Diaminobenzol-Verbindung ist, diese sodann diazotiert und auf 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure kuppelt und darauf die hieraus gebildete Monoazoverbindung mit einem Anilinderivat mit einer B-Sulfatoäthylsulfonylgruppe als zweite Diazokomponente umsetzt. Diese Reaktionskomponenten sind aus den Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel (J) ersichtlich. Die in diesen Beispielen 282 bis 292 beschriebenen erfindungsgemäßen Disazoverbindungen zeigen ebenfalls sehr gute faserreaktive Farbstoffeigenschaften und liefern beispielsweise auf Baumwollmaterialien echte Färbungen mit den in den Beispielen angegebenen Nuancen.

0048355 von Farbton auf

.•				:	Stellg. von	Farbton auf
	Bsp.	<sup>B</sup> 6	D <sub>2</sub>	D <sub>4</sub>	но <sub>3</sub> s-	Baumwolle
5	282	CH <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub> H		3	grünstichig marineblau
	283	N- C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	dito		3	marineblau
10	284	CH <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub> H	OCH 3	3	schwarz
15	285	СН <sub>2</sub> -СН <sub>2</sub> -NН- ОН	dito	OCH <sub>3</sub>	3 .	grünstichig schwarz
	286	so <sub>3</sub> H	So	93 <sup>H</sup>	3	schwarz
20	287	dito	dito	och <sub>3</sub>	4	schwarz
	288	dito	dito		3	schwarz
25	289	H <sub>2</sub> N-	so <sub>3</sub> H	CH <sub>3</sub>	3	grünstichig schwarz
30	290	(°2 <sup>H</sup> 5) 2 <sup>N-</sup>	035 1 50	gH Cl	3	schwarz
35	291	CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -N- SO <sub>3</sub> H CH <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub> H	CI	3	schwarz
	292	СН <sub>2</sub> -СН <sub>2</sub> -NH-   СООН	dito	SO <sub>3</sub> H	3	schwarz

BRICHOCID- JED MAGSEEA I I

THE PROPERTY.

1997年, 1988年, 
TO A SECTION OF STREET STREET, 
SECTION OF THE SECTIO

## Beispiel 293

Man verfährt zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Disazoverbindung gemäß den Angaben des Beispieles 266, setzt jedoch anstelle der Anilin-4-B-sulfatoäthylsulfon-Verbindung 26,5 Teile Anilin-4-B-phosphatoäthylsulfon ein. Man erhält das Alkalimetallsalz der Verbindung der Formel

das ähnlich gute Farbstoffeigenschaften wie der Disazofarbstoff des Beispieles 266 besitzt.

### Patentansprüche

 Wasserlösliche Disazoverbindungen der allgemeinen Formel (1)

5
$$D' - N = N - D''$$

$$HO_3S \stackrel{4}{\longrightarrow} SO_3H \qquad Z_m$$

$$Y_n$$

und ihre Salze, in welcher bedeuten:

- D' ist der Phenylrest oder der Naphthylrest, die durch eine Gruppe des nachstehend definierten Formelrestes Y oder Formelrestes Z substituiert sind und zusätzlich durch einen oder zwei Substituenten aus der Gruppe Sulfo, Chlor, Brom, niederes Alkyl und niederes Alkoxy substituiert sein können;
- D" ist der Phenylrest oder der Naphthylrest, die durch eine Gruppe des nachstehend definierten Formelrestes Y oder Formelrestes Z substituiert sind und zusätzlich durch einen oder zwei Substituenten aus der Gruppe Sulfo, Chlor, Brom, niederes Alkyl und niederes Alkoxy substituiert sein können;
- D' und D" können zueinander gleiche oder voneinander verschiedene Bedeutungen besitzen;
- die eine Sulfogruppe im Disulfo-1-amino-8-hydroxy naphthylen-Rest steht in 3- oder 4-Stellung dieses
   Naphthalinrestes;
- Z ist eine Gruppe der Formel (2a), (2b), (2c), (2d),
  (2e) oder (2f)

$$- so_2 - cH_2 - cH_2 - x$$
 (2a)

$$- N - SO_2 - CH_2 - CH_2 - X$$
 (2b)

35

15

20

25

$$- CH_2 - SO_2 - CH_2 - CH_2 - X$$
 (2c)

$$- so_2 - CH = CH_2$$
 (2d)

$$- N - SO_2 - CH = CH_2$$
 (2e)

$$- CH_2 - SO_2 - CH = CH_2$$
 (2f)

in welchen R eine Alkylgruppe von 1 bis 4 C-Atomen darstellt und

> X ein Chloratom, die Acetyloxy-, die Thiosulfato-, die Phosphato- oder die Sulfatogruppe bedeutet;

Y ist ein Rest der Formel (3)

15

20

25

in welcher bedeuten:

R<sup>1</sup> ist ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von
1 bis 4 C-Atomen;

1 ist ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von
1 bis 4 C-Atomen, wobei

R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup> zueinander gleiche oder voneinander verschiedene Bedeutungen besitzen können;

V ist das Chlor- oder Bromatom;

A ist ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von

1 bis 6 C-Atomen, die substituiert sein kann, oder
ist der Phenylrest, der durch Substituenten aus
der Gruppe Methyl, Äthyl, Methoxy, Äthoxy, Chlor,
Brom, Carboxy, Sulfo, Carbamoyl und Sulfamoyl substituiert sein kann, oder ist ein Rest der Formel (4)

$$-B-Z \tag{4}$$

in welcher bedeuten:

- B ist der Phenylen- oder Naphthylenrest, die durch ein oder zwei Substituenten substituiert sein können, die aus der Menge, bestehend aus einer Sulfogruppe, einem Chloratom, einem oder zwei Methyl- oder Äthylgruppen und einer oder zwei Methoxy- oder Äthoxygruppen, ausgewählt sind,
- Z besitzt die vorstehend genannte Bedeutung,
- m ist die Zahl Null oder 1 und
- n ist die Zahl 1 oder 2, wobei
  - die Summe von (m + n) gleich 2 ist
  - und in der Verbindung der Formel (1) zwingend mindestens zwei Reste enthalten sind, die aus den Resten der oben definierten Formeln (2a) bis (2f) und der nachstehenden Formel (5)

20

15

5

10

mit V der obengenannten Bedeutung ausgewählt sind.

#### 2. Verbindung nach Anspruch 1 der allgemeinen Formel

in welcher Z die in Anspruch 1 genannte Bedeutung

besitzt, B der Phenylenrest ist, der durch eine Sulfogruppe oder durch eine Methylgruppe oder Methoxygruppe
oder ein Chloratom oder zwei Methoxygruppen oder eine
Methoxy- und eine Methylgruppe substituiert sein kann,
wobei die beiden Formelreste B gleich oder verschieden
voneinander sein können; D ist der Phenylenrest, der
durch eine oder zwei Sulfogruppen oder eine Methoxygruppe,
eine Methylgruppe oder ein Chloratom oder durch zwei

Methoxygruppen oder durch eine Methoxy- und eine Methylgruppe substituiert sein kann, wobei die beiden Formelreste D gleich oder verschieden voneinander sein können,
und K den bivalenten Rest der als Kupplungskomponente
dienenden, doppel-ankuppelbaren 1-Amino-8-naphthol-3,6oder -4,6-disulfonsäure steht,
oder ein Salz davon.

3. Verbindung nach Anspruch 1 der allgemeinen Formel

in welcher Z, B und D die in Anspruch 2 genannten Bedeutungen haben und R ein Wasserstoffatom oder eine Methyloder Äthylgruppe ist sowie A eine Methyloder Äthylogruppe, eine B-Hydroxyäthylogruppe, B-Sulfoäthylogruppe, B-Sulfatoäthyloder Sulfophenylogruppe bedeutet oder ein Salz davon.

25 4. Verbindung nach Anspruch 1 der allgemeinen Formel

5

10

15

20

in welcher A, B, R und Z die in Anspruch 3 genannten Bedeutungen besitzen und worin die beiden freistehenden Aminobrücken in meta- oder para-Stellung zu den Azogruppen gebunden sind,

- 5 oder ein Salz davon.
  - 5. Verbindung nach Anspruch 1 der allgemeinen Formel

in welcher B und Z die in Anspruch 2 genannten Bedeutungen besitzen, oder ein Salz davon.

6. Verbindung nach Anspruch 1 der allgemeinen Formel

$$Z-B-N=N$$
 $HO_3S$ 
 $N=N$ 
 $N$ 
 $N=N$ 
 $N=N$ 
 $N$ 
 $N$ 
 $N$ 
 $N$ 
 $N$ 
 $N$ 

in welcher B und Z die in Anspruch 2 genannten Bedeutungen besitzen, oder ein Salz davon.

30 7. Verbindung nach Anspruch 1 der allgemeinen Formel

in welcher B, Z und K die in Anspruch 2 genannten Bedeu-

tungen besitzen, oder ein Salz davon.

- 8. Verbindung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, in welcher Z für die ß-Sulfatoäthylsulfonyl- oder die Vinylsulfonyl- Gruppe steht.
- Verfahren zur Herstellung einer der in Anspruch 1 definierten Disazoverbindung der allgemeinen Formel (1),
   dadurch gekennzeichnet, daß man in äquimolaren Mengen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure oder 1-Amino-8-naphthol-4,6-disulfonsäure mit einer Diazoniumverbindung eines Amins der allgemeinen Formel (6)

in welcher D', Z und Y die in Anspruch 1 genannten
Bedeutungen haben und p und q jedes für die Zahl Null
oder 1 steht, und nachfolgend die gebildete Monoazoverbindung mit einer Diazoniumverbindung eines Amins der
allgemeinen Formel (7)

$$\begin{bmatrix} & & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ &$$

in welcher D", Z und Y die in Anspruch 1 genannten Bedeutungen besitzen und r und s jedes für die Zahl Null oder 1 steht, umsetzt, wobei man die Amine der allgemeinen Formeln (6) und (7) so auswählt, daß die Summe von (p + q) gleich 1, die Summe von (r + s) gleich 1, die Summe von (q + s) gleich 1 oder 2 ist und die Diazokomponenten

der allgemeinen Formeln (6) und (7) gleich oder voneinander verschieden sein können.

10. Verwendung der Disazoverbindungen von Anspruch 1 als5 Farbstoffe.

BUSHOOTH - FP MARSSSA 1 1 3

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 81 10 6753

-		IGE DOKUMENTE						N DER	
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments maßgeblichen Teile	mit Angabe, soweit erforderlich, der	betriff Anspr					<del></del>	
х	DE - A - 2 740 KAYAKU K.K.)		1,9	, 10	С	09	В	62/	51:
	* Patemanspruc	h 1 *	ļ		D	06	P	62/! 3/6	6
		<b></b>						3/10	O
х	JP - A - 53 117 KAYAKU K.K.)		1,9	, 10					
	* Ganzes Dokum	ent *							
		••						-	
Х	RESEARCH DISCLO	SURE, Dezember 1976 rtunities Ltd.	,1,9	, 10	REC	HERCH HGEBI		TE (Int. Cl.3)	
	POGIEF; abstraction Vants Hants GB "Dizazo reactive"	t 15209, Seite 6;			С	09		62/5 62/5	
		stract" 15209 *						62/5° 62/5	
								62/5	•
P	EP - A - 0 031	099 (BASF)	1,1	10				62/4	53
	* Patentansprü 19 und Tabel	iche 1,2; Beispiel le 2; Beispiele		_				62/4 62/4 62/0	43 4
	54,56,57,58,	.64 *						62/0 62/0	8
							٠.	62/0:	3 ./
						EGOR IANNT		R OKUMEN	TE
					alle Y. von Ver	in betr beson bindur	achte idere ig mi	r Bedeutu t einer and	ng ir derei
					Kat A tect O nict P Zwi	egorie hnolog htschri schenl	ische Hich litera		rund
					ger sat E alte	ide Thi re res Pa	eorie	zugrunde I n oder Gru lokument, i oder nach	-bnu das
					Ani wo D in c Dol	nelded rden is Ier Ann kumen	latun t neldu t	n veröffent ung angefü unden ang	llicht ührte
					tuh	rtes Do	okum	erchen Pat	
V	Der vorliegende Recherchenb	ericht wurde für alle Patentansprüche ers	tellt.		fam	-	über	einstimme	
Recherci		Abschlußdatum der Recherche	Pri	ler					
EPA form	Den Haag	24-12-1981			INE	STE	Γ		



## **EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT**

Nummer der Anmeidung

EP 81 10 6753

	EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.2)		
tegorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der Maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	THE SECTION OF THE SE	
	Masgebichen Teile	Anapracii		
	·			
İ				
I				
]				
ı				
			-	
		1		
	•		RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. <sup>3</sup> )	
			SACHGEBIETE (Int. Cl.3)	
		'	C.08 B 62/02 62/02	
- 1			62/02	
			62/01	
l		<b> </b>	62/00	
			62/00	
}		1		
l				
İ				
		]		
j			•	
ĺ				
ł			!	
j				
j	•			
		1		

1. 人名英格兰斯特 4.25-1 CONTRACTOR SECTION SEC